

### **Patent Abstracts of Japan**

**PUBLICATION NUMBER** 

04267933

PUBLICATION DATE

24-09-92

APPLICATION DATE

25-02-91

**APPLICATION NUMBER** 

03030406

APPLICANT: FUJI PHOTO FILM CO LTD;

INVENTOR:

SHIMODA KAZUHIRO;

INT.CL.

B01D 65/06

TITLE

METHOD FOR WASHING SEPARATION MEMBRANE

ABSTRACT :

PURPOSE: To keep and recover the transmitted flux at the time of the filtration of a raw

fluid containing suspended matter through a membrane.

CONSTITUTION: In a dead end filtering system supplying a raw fluid composed of a fluid containing suspended matter to filter said fluid by a separation membrane and separating the same into the fluid and the suspended matter, the pressure on the transmitted fluid side of the separation membrane is made higher than that on the side of the raw fluid to periodically perform backwashing. As a washing solution, a solution containing proteinase and cellulase is used to wash the separation membrane.

COPYRIGHT: (C) JPO

© 1999 Derwent Info Ltd. All rights reserved.

009241015 WPI Acc No: 92-368433/199245 XRAM Acc No: C92-163560

# Washing of sepn. membrane for separating suspended solids - comprises periodical backwashing using enzyme-contg. soln.

Patent Assignee: FUJI PHOTO FILM CO LTD (FUJF ) Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:   Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Main IPC Week   JP 4267933 A 19920924 JP 9130406 A 19910225 B01D-065/06 199245 B	

Priority Applications (No Type Date): JP 9130406 A 19910225

Language, Pages: JP 4267933 (3)

Abstract (Basic): JP 4267933 A In the dead end filtering method in which a fluid and a suspended solid are sepd. by supplying and filtering a source fluid contg. the suspended solid and the fluid using a sepn. membrane, periodical backwashing is conducted by mkaing the pressure on the permeated fluid side of the sepn. membrane higher than that on the source fluid side. The washing uses a washing soln. contg. an enzyme.

The min. pore dia. or fractioning mol. wt. of the sepn. membrane is pref. larger than the mol. dia. of the enzyme contained in the washing soln. The enzyme is pref. a proteolytic enzyme and/or a cellulose-destroying enzyme.

USE/ADVANTAGE - The sepn., purificn., recovery and concn. of suspended solids from fluids contg. various suspended solids can be carried out efficiently and economically. Dwg. 0/0

(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号 特開平4-267933

(43)公開日 平成4年(1992)9月24日

(51) Int.Cl.5

識別記号

庁内整理番号 8014-4D

FΙ

技術表示箇所

B 0 1 D 65/06

審査請求 未請求 請求項の数3(全 3 頁)

(71)出願人 000005201 特願平3-30406 富士写真フイルム株式会社 (21)出願番号 神奈川県南足柄市中沼210番地 平成3年(1991)2月25日 (72)発明者 下田 一弘 (22)出願日 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真 フイルム株式会社内

# (54) 【発明の名称】 分離膜洗浄方法

#### (57)【要約】

【目的】 膜を用いて懸濁物質を含む原流体を濾過する 際の透過流束を維持回復する事を目的とする。

【構成】 分離膜を用いて、懸濁物質を含む流体からな る原流体を供給し濾過することにより流体と懸濁物質と を分離するデッドエンド濾過方式において、分離膜の透 過流体側の圧力を原流体側の圧力より大きくして周期的 に逆洗を行うことを特徴とする濾過方式において、洗浄 液としてタンパク質分解酵素およびセルロース分解酵素 を含む溶液を用いることを特徴とする分離膜の洗浄方 法。

10

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 分離膜を用いて、懸濁物質を含む流体か らなる原流体を供給し濾過することにより流体と懸濁物 貫とを分離するデッドエンド建過方式において、分離膜 の透過流体側の圧力を原流体側の圧力より大きくして周 期的に逆洗を行うことを特徴とする濾過方式において、 洗浄液として酵素を含む溶液を用いることを特徴とする 分離膜の洗浄方法。

【請求項2】 分離膜の最小孔径あるいは分面分子量が 洗浄液に含まれる酵素分子径あるいは分子量よりも大き いことを特徴とする請求項1に記載の分離膜の洗浄方 法.

【請求項3】 洗浄液に含まれる酵素がタンパク質分解 酵素、セルロース分解酵素のいずれかあるいは両方であ ることを特徴とする請求項1もしくは2に記載の分離膜 の洗浄方法。

## 【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、分離膜の洗浄方法に関 するものであり、特に大きい膜透過流速を維持するため に逆洗を周期的に行うデッドエンド濾過方式において、 膜を効率よく洗浄再生することにより膜透過流速を維持 回復できるアルカリ活性酵素を含む洗浄液を用いた新規 な膜の洗浄方法に関するものである。本発明の分離膜洗 **浄方法は、食品・医薬品工業において生産されるパイオ** 生産物の分離精製のために用いられる膜を周期的逆洗に よって大きな膜透過流速を維持するデッドエンド濾過方 式の膜洗浄に適用される。これまで、精密濾過膜、限外 瀘過膜は食品工業におけるアルコール飲料製造プロセ ス、例えばビール製造工程での酵母、蛋白成分、多糖類 の除去、あるいは医薬品製造工業における輸液剤、注射 剤の無菌濾過、半導体製造工業における超純水中の微粒 子除去、原子力・火力発電プラントにおける復水中のク ラッド除去などに使われていた。しかしながら、近年バ イオテクノロジーの急速な発展に伴い、精密濾過膜、限 外濾過鸌の適用範囲が動・植物細胞の高密度培養、菌体 外酵素、生理活性多糖類の菌体からの分離、菌体破砕物 からの菌体内酵素の分離など比較的膜負荷の大きな溶液 の分離精製へと広がっている。膜負荷の増大は懸濁物質 による膜の目詰まり抵抗が大きくなって膜透過流速を急 激に低下させる。 このため周期的逆洗によって膜透過流 遠を維持回復する必要がある。本発明の分離膜洗浄方法 はこのような周期的逆洗を伴うデッドエンド濾過方式の 分離膜の洗浄に適用することができる。

#### [0002]

【従来の技術】膜汚染物質を除去する洗浄方法として は、大きく物理的方法と化学的方法がある。物理的方法 としては温水、脈動、気水混合洗浄、ビーズ洗浄等があ る。これらは装置および操作が複雑となると同時に、十 分な洗浄性が得られないことが多い。特に、精密濾過膜 50

では表面スキン層がないため、膜汚染物質が膜表面だけ でなく膜内部にも堆積するため洗浄性が発揮されない。 このため、種々の洗浄剤を使用した化学的洗浄方法が一

2

般的に行われている。洗浄剤としては界面活性剤、酸、 アルカリ、酸化・還元剤、キレート剤などが用いられ、 これらを単独ないし併用して使用している。しかし、酸 ・アルカリ洗浄では、そのpHを相当低いあるいは相当 高い領域にして膜洗浄を実施しなければ膜透過流速を十 分に回復させることができない。これは膜の劣化を招く と同時に使用できる膜素材を限定することになる。酸化 ・還元剤の使用についても同様に膜の劣化と膜素材の限 定が必要である。特に、動・植物細胞の高密度培養、菌 体外酵素、生理活性多糖類の菌体からの分離、菌体破砕 物からの菌体内酵素の分離など比較的膜負荷の大きな溶 液の分離精製へ適用する周期的逆洗によるデッドエンド

#### [0003]

濾過方式においては顕著となる。

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、頻度 の高い周期的逆洗によって膜汚染物質を効率よく除去し て膜性能の十分な維持回復をはかることを目的とする濾 過方法において、洗浄すべき膜素材にダメージを与えた り、使用する膜素材が限定されることのない、マイルド な膜洗浄方法、特に精密濾過膜を用いて膜負荷の大きな 原流体から懸濁物質を濾過する場合の膜洗浄方法を提供 することにある。

### [0004]

【課題を解決するための手段】本発明は、分離膜を用い て、懸遇物質を含む流体からなる原流体を供給し濾過す ることにより流体と懸濁物質とを分離するデッドエンド 濾過方式において、分離膜の透過流体側の圧力を原流体 側の圧力より大きくして、洗浄液を透過流体側から供給 し周期的に逆洗を行う濾過方式において、洗浄液として 酵素を含む溶液を用いることを特徴とする分離膜の洗浄 方法である。食品工業におけるビール濾過、動・植物細 胞の高密度培養、菌体内および菌体外からの有用物質の 分離において精密濾過膜、限外濾過膜は培養液からの細 胞および微生物の分離に用いられる。培地成分、細胞お よび微生物構成成分には多くのタンパク質や多糖類が含 まれておりこれらが膜に吸着付着し膜汚染物質の主たる 構成成分となっている。これらを速やかに分解脱着する 40 ことが膜性能の維持回復に必要である。膜汚染物質の主 たる構成成分であるタンパク質、多糖類は酵素によって マイルドな条件で分解することができる。

【0005】洗浄液に用いる酵素としては、食品用、洗 剤用酵素として用いられているものであればいずれでも よく、タンパク質分解酵素としてはパシルス属の微生物 を培養して得られるプロテイナーゼ、プロテアーゼ、セ ルロース分解酵素としてはフミコラ インソレンスを培 養して得られるセルラーゼ、糸状菌由来のβーグルカナ ーゼ等がある。これらをそれぞれの至適pHに調整し洗 3

浄液を調製して透過液側から周期的洗浄を行う。これら の酵素を単独で用いても本発明の目的を達成することが できるがこれらに界面活性剤を添加しても良い。界面活 性剤としては任意のノニオン性、アニオン性のものが使 用できるが、ノニオン界面活性剤が酵素活性を阻害しな いため好ましい。また、カチオン界面活性剤は酵素活性 を阻害するため好ましくない。好ましい界面活性剤とし ては、例えばポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポ **リオキシエチレンアルキルアリールエーテル、ポリオキ** シエチレンアルキルアリールエーテル、ポリエチレング 10 リコール脂肪酸エーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸ア ミドエーテル、多価アルコール脂肪酸エステルアルキル ベンゼンスルホン酸ソーダ、高級アルコール硫酸エステ ルナトリウム、アルキル硫酸エステルナトリウム、アル キルスルホン酸ナトリウム、アルキルするほコハク酸ソ ーダ、アルキルナフタリンスルホン酸ソーダ・ホルマリ ン縮合物、アルキルナフタリンスルホン酸ソーダ、スル ホン化複素環式化合物、脂肪酸・アミノ酸縮合物等が挙 げられる。これらの界面活性剤は0.001~0.5% の濃度、好ましくは $0.2\sim0.4\%$ の濃度となるよう に添加すればよい。本発明の洗浄方法は、酵素分子が膜 内部へ進入可能な程度の貫通孔径を有する精密濾過膜、 あるいは分画分子量が酵素分子の分子量に比べて2~5 倍以上の大きさである限外濾過膜に適用できる。膜モジ ュール形態については特に限定するものではなく、例え ば平膜積層型、中空糸型、管状型、スパイラル型いずれ でもよい。膜索材としては、酢酸セルロース、ポリアク リロニトリル、ポリ塩化ビニル、ポリスルホン、ポリア ミド、ポリエチレン、ポリプロピレンを用いた膜の洗浄 に広く利用できる。

#### [0006]

【実施例】以下に具体例をあげて本発明をさらに詳しく 説明するが、発明の主旨を越えない限り本発明は実施例 に限定されるものではない。

大腸菌(IFO3301)を0.9wt%の生理食塩水 に1dryg/lの含有率で分散させたものを懸濁液と

して用い、公称孔径 0. 2 μmの精密濾過膜を用いて本 発明の逆洗を周期的に行 うデッドエンド型濾過を行っ た。使用した濾過器は有効膜面積100cm²で、実験 条件は圧力差 0. 5×10⁴ Pa、液温度 25℃であ り、濾過時間 1 2 0 秒、逆洗流束 1 × 1 0 <sup>- 3</sup> m³ / m² /sec、逆洗時間3秒で行った。逆洗液として B.sub tilis 起源のアルカリプロティナーゼを2000PUN /m 1 を 0. 1 M炭酸ナトリウムに溶解したものを用い た。洗浄液として0.1M炭酸ナトリウムのみあるいは 滅菌水を用いたものでは透過流束は逆流で十分回復せず 透過流束は徐々に減少している。それに対し本発明の酵 素を含む洗浄液で逆洗を周期的に行うデッドエンド型濾 過では透過流束は高い値を維持した。

# 【0007】実施例2

市販のピールにタンニン酸20ppmを溶かして、タン パク質を凝集させたものを懸濁液として用い、公称孔径 2. 0μmの精密濾過膜を用いて本発明の逆洗を周期的 に行うデッドエンド型濾過を行った。 使用した濾過器は 有効膜面積100cm²で、実験条件は圧力差0.5× 10° Pa、液温度25℃であり、濾過時間60秒、逆 洗流束5×10-3 m³ /m² /sec、逆洗時間4秒で 行い逆洗液には B.subtilis 起源の中性プロティナーゼ を2000PUN/miおよび糸状菌起源のエンドー 1, 4-β-グルカナーゼを2000CUN/mlを 0.1Mリン酸緩衝液に溶解したものを用いた。洗浄液 として0.1Mリン酸緩衝液のみあるいは滅菌水を用い たものでは透過流束は逆洗で十分回復せず透過流束は徐 々に減少している。それに対し本発明の酵素を含む洗浄 液で逆洗を周期的に行うデッドエンド型濾過では透過液 30 束は高い値を維持した。

### [0008]

【発明の効果】本発明によれば、逆洗を周期的に行うデ ッドエンド型濾過方式において高い膜透過流束を維持回 復することができ、それによって種々の懸濁物質を含有 する液体から各懸濁成分の分離、回収、精製、濃縮など がきわめて効率的しかも経済的に行われる。そしてさら にプロセスの連続化及び装置の小型化が可能である。